

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

REC'D 03 OCT 2000

WIPO PCT



**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

Aktenzeichen: 199 43 640.1
Anmeldetag: 13. September 1999
Anmelder/Inhaber: Bayer Aktiengesellschaft, Leverkusen/DE
Bezeichnung: Platten aus Polycarbonat
IPC: C 08 L, C 08 J, E 06 B

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 24. Juli 2000
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

Platten aus Polycarbonat

Die vorliegende Erfindung betrifft Platten aus Polycarbonat, deren Verwendung zur
5 Herstellung von Verschiebungen und diese Verschiebungen.

Platten aus Polycarbonat werden beispielsweise zur Herstellung von Verschiebungen
eingesetzt. In diesem Zusammenhang ist es erstrebenswert, Platten mit einer mög-
lichst hohen Lichttransmission und einem möglichst geringen Gelbwert (auch
10 Yellowness-Index genannt) einzusetzen. Durch Zugabe von Blaupigmenten ist es
zwar möglich den Gelbwert zu senken, jedoch geschieht dieses auf Kosten der
Lichttransmission und einer Vergrauung der Plattenware. Während der Bewitterung
der Platten ist es wichtig, daß deren mechanische Eigenschaften auf einem möglichst
hohen Niveau erhalten bleiben, so daß die Platten auch nach der Bewitterung eine
15 möglichst hohe Resistenz gegenüber mechanischen Einflüssen wie z.B. Hagelschlag
bewahren.

Die Herstellung von Polycarbonaten kann nach dem sogenannten Phasengrenzflä-
chenverfahren erfolgen. Dabei werden Dihydroxydiarylalkane (auch Bisphenole
20 genannt) in Form ihrer Alkalisalze in wäßriger Lösung mit Phosgen in heterogener
Phase in Gegenwart von anorganischen Basen wie Natronlauge und einem
organischen Lösungsmittel, in dem das Produkt Polycarbonat gut löslich ist,
umgesetzt.

25 ~~Weitere Einzelheiten zum Phasengrenzflächenverfahren zur Herstellung von~~
Polycarbonaten sind in Schnell, "Chemistry and Physics of Polycarbonates", Polymer
Reviews, Volume 9, Interscience Publishers, New York, London, Sydney 1964,
offenbart.

30 Die aus dem Stand der Technik bekannten Platten aus Polycarbonat weisen den
Nachteil auf, daß sie die genannten Anforderungen hohe Lichttransmission geringen

Gelbwert und guten Erhalt der mechanischen Eigenschaften bei Bewitterung nicht in ausreichendem Maße haben.

5 Der vorliegenden Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, Platten aus Polycarbonat bereitzustellen, die die genannten Nachteile des Standes der Technik nicht aufweisen.

10 Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst durch Platten aus Polycarbonat, wobei das Polycarbonat nach dem Phasengrenzflächenverfahren hergestellt wird und die hierbei eingesetzte wäßrige Lösung eines Alkalisalzes eines Bisphenols einen Gehalt an gelöstem Sauerstoff von weniger als 150 ppb aufweist.

15 Der Gehalt an gelöstem Sauerstoff in der wäßrigen Lösung des Alkalisalzes des Bisphenols beträgt <150 ppb, bevorzugt <100 ppb, besonders bevorzugt <50 ppb.

20 Gegenstand der Erfindung sind somit Platten aus Polycarbonat, wobei das Polycarbonat nach dem Phasengrenzflächenverfahren hergestellt wird und die hierbei eingesetzte wäßrige Lösung eines Alkalisalzes eines Bisphenols einen Gehalt an gelöstem Sauerstoff von weniger als 150 ppb aufweist.

Weiterhin sind Verschleißungen, beispielsweise für Automobile oder Gebäude, insbesondere für Gewächshäuser, Wintergärten, Bushaltestellen, Reklametafeln, Schilder, Schutzscheiben, Automobilverschleißungen, Fenster oder Überdachungen Gegenstand der vorliegenden Erfindung.

25
30 Die erfindungsgemäße Herstellung der Polycarbonate erfolgt so, daß die anderen Rohstoffe außer der wäßrigen Lösung des Alkalisalzes des Bisphenols keine nennenswerte Menge Sauerstoff enthalten. Die Herstellung erfolgt im übrigen unter Ausschluß von Sauerstoff, wie dies beispielsweise in DE-A 4 227 272 beschrieben ist.

Beispielsweise sind in einer Reaktionskessel und Rohrreaktor umfassenden Konfigurationsschleife die Umpumpschleife und die Rohrreaktoren geflutet und der Reaktionskessel mit Stickstoff überlagert, so daß Sauerstoffausschluß gewährleistet ist.

5 Die erfindungsgemäßen Platten aus Polycarbonat sind beispielsweise Massivplatten, Hohlkammerplatten (auch Stegplatten genannt) oder Wellplatten, die z.B. als Verschleißmaterialien eingesetzt werden. Die Platten können in einer dem Fachmann im Prinzip bekannten Weise hergestellt werden, beispielsweise durch Extrusion oder durch Spritzguß.

10

Nachträgliche Bearbeitungen der Platten, wie z.B. Tiefziehen oder Oberflächenbearbeitungen, wie z.B. Ausrüstung mit Kratzfestlacken, wasserspreitenden Schichten und ähnliches sind möglich. Die durch diese Verfahren hergestellten Formkörper und ebenfalls Gegenstand des Patentes.

15

Bei der Herstellung des Polycarbonats für die erfindungsgemäßen Platten werden wäßrige Lösungen eines Alkalisalzes eines Bisphenols mit einem Gehalt an gelöstem Sauerstoff <150 ppb, bevorzugt <100 ppb, besonders bevorzugt <50 ppb eingesetzt, die bevorzugt durch Umsetzung von Bisphenolen mit einem Gehalt an gelöstem Sauerstoff <10 ppb mit einer wäßrigen Alkalihydroxidlösung mit einem Gehalt an gelöstem Sauerstoff <100 ppb unter Sauerstoffausschluß erhältlich sind.

20

Bevorzugte Alkalisalze sind die Natriumsalze der Bisphenole.

25

~~Erfindungsgemäß einsetzbare Bisphenole sind solche, die erhältlich sind durch~~ Umsetzung von Ketonen mit aromatischen Hydroxyverbindungen, die in p-Position nicht substituiert sind und keine Substituenten zweiter Ordnung wie Cyano-, Carboxy- oder Nitrogruppen enthalten, beispielsweise Phenol, o- und m-Kresol, 2,6-Dimethylphenol, o-tert.-Butylphenol, 2-Methyl-6-tert.-Butylphenol, o-Cyclohexylphenol, o-Phenylphenol, o-Isopropylphenol, 2-Methyl-6-cyclopentylphenol, o- und m-Chlorphenol, 2,3,6-Trimethylphenol, bevorzugt Phenol, o- und m-Kresol, 2,6-

30

Dimethylphenol, o-tert.-Butylphenol und o-Phenyl-phenol. Besonders bevorzugt ist Phenol. Ketone mit wenigstens einer aliphatischen Gruppe an der Carbonylfunktion, beispielsweise Aceton, Methylethylketon, Methylpropylketon, Methylisopropylketon, Diethylketon, Acetophenon, Cyclohexanon, Cyclopentanon, Methyl-, Dimethyl- und Trimethylcyclohexanone, die auch geminale Methylgruppen aufweisen können, z.B. 3,3-Dimethyl-5-methylcyclohexanon (Hydroisophoron) werden bevorzugt. Ganz besonders bevorzugt ist Aceton, Acetophenon, Cyclohexanon und dessen Methylgruppen tragende Homologe. Am meisten bevorzugt ist Aceton. Durch intensive Stickstoffinertisierung beim Herstellungsprozeß wird sichergestellt, daß der Restgehalt an gelöstem Sauerstoff in den Bisphenolen weniger als 10 ppb beträgt.

Erfindungsgemäß einsetzbare Bisphenole sind außerdem: 3-(4-Hydroxyphenyl)-1,1,3-trimethylindan-5-ol; 1,3-Di-(2-(4-Hydroxyphenyl)-2-propyl)benzol und 1,4-Di-(2-(4-Hydroxyphenyl)-2-propyl)benzol.

Besonders bevorzugte Bisphenole sind 2,2-Bis-(4-hydroxyphenyl)-propan (d.h. Bisphenol A) und 1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-3,3,5-trimethylcyclohexan.

Die Bisphenole oder deren Mischungen werden bevorzugt unter Sauerstoffausschluß (z.B. Stickstoff-Inertisierung) mit wäßriger Alkalihydroxidlösung umgesetzt, die einen Gehalt an gelöstem Sauerstoff <100 ppb, bevorzugt <20 ppb aufweisen. Die Konzentration der wäßrigen Alkalihydroxidlösung wird bevorzugt so gewählt, daß die Konzentration der resultierenden wäßrigen Lösungen eines Alkalisalzes eines Bisphenols möglichst nahe an der Löslichkeitsgrenze liegt, d.h. im Bereich von 15 bis 20 Gew. %, bevorzugt 16,5 bis 18,5 Gew. %. Das Molverhältnis von Alkalihydroxid zu Bisphenol beträgt insbesondere 1,8:1 bis 2,5:1, bevorzugt 1,9:1 bis 2,4:1, besonders bevorzugt 2,0:1 bis 2,3:1. Das Bisphenol kann als Feststoff in wäßriger Alkalihydroxidlösung gelöst werden. Bevorzugt wird es jedoch, wenn es, ohne den festen Zustand durchlaufen zu haben, direkt als Schmelze bei Temperaturen von 20°C bis 90°C, bevorzugt 30°C bis 70°C, der wäßrigen Alkalihydroxidlösung zugesetzt wird.

Die zur Herstellung der wäßrigen Lösungen eines Alkalisalzes eines Bisphenols eingesetzte, nahezu sauerstofffreie wäßrige Alkalihydroxidlösung kann durch Elektrolyse hergestellt werden. Lagerung und Transport der wäßrigen Alkalihydroxidlösung nach der Herstellung sollen unter Inertgas erfolgen. Für den Einsatz im erfindungsgemäßen Verfahren wird die Konzentration der bei der Elektrolyse erhaltenen wäßrigen Alkalihydroxidlösung in der Regel durch Verdünnen mit nahezu sauerstofffreiem vollentsalztem Wasser (VE-Wasser) erniedrigt. Das VE-Wasser wird in im Prinzip bekannter Weise, z.B. katalytisch, durch Entgasen oder Strippen mit Inertgas von Sauerstoff befreit.

Die so erhaltenen wäßrigen Lösungen eines Alkalisalzes eines Bisphenols weisen besonders niedrige Farbzahlen auf, die naturgemäß auch abhängig sind von der Farbzahl des eingesetzten Bisphenols. Bei Verwendung eines Bisphenols mit einer Farbzahl <10 Hazen (gemessen nach ASTM D 1686) lassen sich Farbzahlen von <1,5 Hazen, bevorzugt <1,0 Hazen erzielen.

Die Polycarbonate können durch den Einsatz geringer Mengen Verzweiger bewußt und kontrolliert verzweigt werden. Einige geeignete Verzweiger sind: Phloroglucin, 4,6-Dimethyl-2,4,6-tri-(4-hydroxyphenyl)-hepten-2; 4,6-Dimethyl-2,4,6-tri-(4-hydroxyphenyl)-heptan; 1,3,5-Tri-(4-hydroxyphenyl)-benzol; 1,1,1-Tri-(4-hydroxyphenyl)-ethan; Tri-(4-hydroxyphenyl)-phenylmethan; 2,2-Bis-[4,4-bis-(4-hydroxyphenyl)-cyclohexyl]-propan; 2,4-Bis-(4-hydroxyphenyl-isopropyl)-phenol; 2,6-Bis-(2-hydroxy-5'-methyl-benzyl)-4-methylphenol; 2-(4-Hydroxyphenyl)-2-(2,4-dihydroxyphenyl)-propan; ~~Hexa-(4-(4-hydroxyphenyl-isopropyl)-phenyl)-orthoterephthalsäureester~~; Tetra-(4-hydroxyphenyl)-methan; Tetra-(4-(4-hydroxyphenyl-isopropyl)-phenoxy)-methan; α,α',α'' -Tris-(4-hydroxyphenyl)-1,3,5-triisopropylbenzol; 2,4-Dihydroxybenzoesäure; Trimesinsäure; Cyanurchlorid; 3,3-Bis-(3-methyl-4-hydroxyphenyl)-2-oxo-2,3-dihydroindol; 1,4-Bis-(4',4''-dihydroxytriphenyl)-methylbenzol, besonders bevorzugt sind 1,1,1-Tri-(4-hydroxyphenyl)-ethan und Bis-(3-methyl-4-hydroxyphenyl)-2-oxo-2,3-dihydroindol (= Isatinbiskresol).

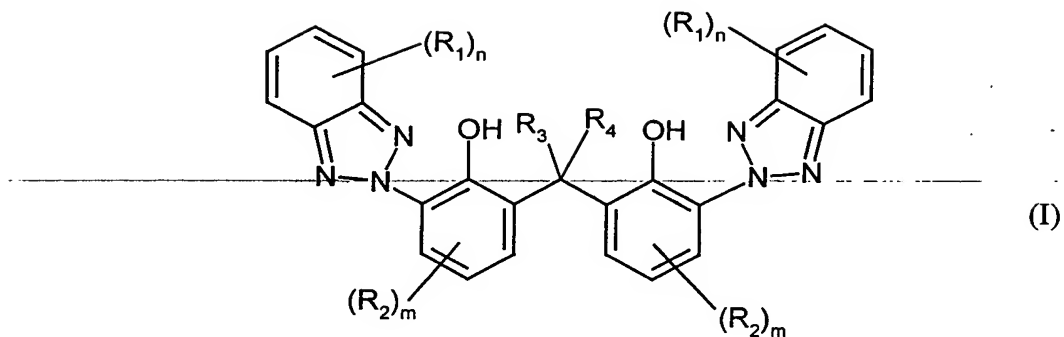
Die gegebenenfalls mitzuverwendenden, bevorzugt 0,05 bis 2 mol-%, bezogen auf
eingesetzte Bisphenole, an Verzweigern bzw. Mischungen der Verzweiger, können
mit den Bisphenolen zusammen eingesetzt werden aber auch in einem späteren
5 Stadium der Synthese zugegeben werden.

Erfindungsgemäß können Kettenabbrecher eingesetzt werden. Erfindungsgemäß ein-
gesetzt werden als Kettenabbrecher bevorzugt Phenole wie Phenol, Alkylphenole wie
Kresol und 4-tert.-Butylphenol, Chlorphenol, Bromphenol, Cumylphenol oder deren
10 Mischungen. Besonders bevorzugt sind Phenol, 4-tert.-Butylphenol bzw. Cumylphe-
nol.

Kettenabbrecher und Verzweiger können als getrennte Lösung oder aber auch
zusammen mit dem Bisphenolat der Synthese zugesetzt werden. Wobei bei den
15 Lösungen darauf zu achten ist, daß diese den gleichen erfindungsgemäß niedrigen
Sauerstoffgehalt besitzen wie die wäßrigen Lösungen eines Alkalisalzes eines
Bisphenols.

Weitere erfindungsgemäß einsetzbare Additive, die dem Polycarbonat, aus dem die
erfindungsgemäßen Platten hergestellt werden, zugesetzt werden können, sind in EP-
20 A 0 500 496 und in WO 96/15102 genannt. Erfindungsgemäß sind auch Mischungen
dieser Additive im Polycarbonat einsetzbar.

Besonders bevorzugt einsetzbare Additive sind UV-Absorber wie die in der
25 ~~WO 99/05205 beschriebenen Verbindungen der Formel (I)~~



worin

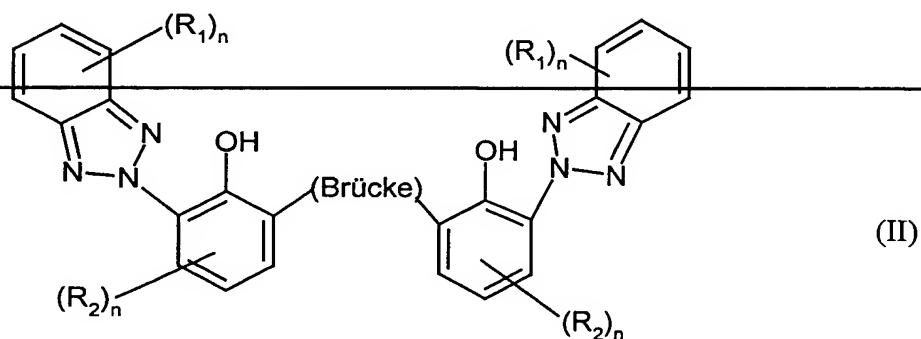
R^1 und R^2 gleich oder verschieden sind und H, Halogen, C_1 - C_{10} -Alkyl, C_5 - C_{10} -Cycloalkyl, C_7 - C_{13} -Aralkyl, C_6 - C_{14} -Aryl, $-OR^5$ oder $-(CO)-O-R^5$ bedeuten mit $R^5 = H$ oder C_1 - C_4 -Alkyl,

R^3 und R^4 ebenfalls gleich oder verschieden sind und H, C_1 - C_4 -Alkyl, C_6 -Cycloalkyl, Benzyl oder C_6 - C_{14} -Aryl bedeuten,

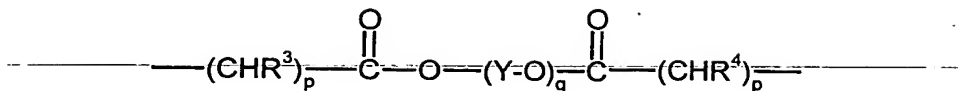
m 1, 2 oder 3 ist und

n 1, 2, 3 oder 4 ist,

sowie solche der Formel (II)



worin die Brücke



5 bedeutet,

R^1 , R^2 , m und n die für Formel (I) genannte Bedeutung haben,

worin außerdem p eine ganze Zahl von 0 bis 3 ist,

q eine ganze Zahl von 1 bis 10 ist,

Y $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$, $-(\text{CH}_2)_3-$, $-(\text{CH}_2)_4-$, $-(\text{CH}_2)_5-$, $-(\text{CH}_2)_6-$, oder $\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CH}_2$ ist
und

15

R^3 und R^4 die für Formel (I) genannte Bedeutung haben.

Weitere geeignete UV-Absorber sind solche, die substituierte Triazine darstellen, wie das 2,4-Bis-(2,4-dimethylphenyl)-6-(2-hydroxy-4-n-octyloxyphenyl)-1,3,5-triazin (CYASORB® UV-1164) oder 2-(4,6-Diphenyl-1,3,5-triazin-2-yl)-5-(hexyl)oxy-Phenol (Tinuvin® 1577). Besonders bevorzugt als UV-Absorber ist 2,2-Methylenbis-(4-(1,1,3,3-tetramethylbutyl)-6-(2H-benzotriazol-2-yl)phenol), das im Handel unter der Bezeichnung Tinuvin® 360 oder Adeka Stab® LA 31 vertrieben wird. Geeignet ist außerdem der nach der WO 96/15102, Beispiel 1 erhaltene UV-Adsorber Uvinul

25 3030 der BASF AG. Geeignet sind außerdem die in EP 0500496 A1 genannten UV-Absorber.

Weitere geeignete UV-Absorber sind 5'-Methyl-, 3',5'-Di-tert.-Butyl-, 5'-tert.-Butyl-, 5'-(1,1,3,3-Tetramethylbutyl)-, (= Tinuvin 329), 5-Chlor-3',5'-di-tert-butyl-, 5-

Chlor-3'-tert.-butyl-5'-methyl-, 3'-sec.-Butyl-5'-tert.-butyl, 4'-Octoxy-, 3',5'-Di-tert.-amyl-, 3,5'-Bis-(α , α -dimethylbenzyl)-, Mischung aus 5-Chlor-3'-tert.-butyl-5'-(2-octyloxycarbonylethyl)- und 5-Chlor-3'-tert.-butyl-5'-[2-(2-ethylhexyloxy)-carbonylethyl]-, 5-Chlor-3'-tert.-butyl-5'-(2-methoxycarbonylethyl)-, 3'-tert.-Butyl-5'-(2-methoxycarbonylethyl)-, 3'-tert.-Butyl-5'-(2-octyloxycarbonylethyl)-, 3'-tert.-Butyl-5'-[2-(2-ethylhexyloxy)-carbonylethyl]-, 3'-Dodecyl-5'-methyl- und 3'-tert.-Butyl-5'-(2-isooctyloxycarbonylethyl)-2'-hydroxyphenyl-2H-benzotriazol(2), 2,2'-Methylen-bis[4-(1,1,3,3-tetramethylbutyl)-6-benzotriazol-2-yl-phenol] sowie 3'-sec.-Butyl-5'-(1,1,3,3-tetramethylbutyl-2'-hydroxyphenyl-2H-benzotriazol (= Tinuvin 350) und 2-[2'-Hydroxy-3',5'-bis(1,1-dimethylbenzyl)-phenyl]-2H-benzotriazol (= Tinuvin 234) und 2-Hydroxybenzophenone, wie z.B. das 4-Hydroxy-, 4-Methoxy-, 4-Octoxy-, 4-Decyloxy-, 4-Dodecyloxy-, 4-Benzoyloxy-, 4,2',4-Trihydroxy-, 2'-Hydroxy-4,4'-dimethoxy-Derivat, Ethyl-2-cyan-3,3-diphenylacrylat (= Uvinul 3035) der BASF AG, 2-Ethylhexyl-2-cyan-3,3-diphenylacrylat (= Uvinul 3039) der BASF AG.

Geeignete Stabilisatoren, die erfindungsgemäß als Additive eingesetzt werden können, sind beispielsweise Phosphine, Phosphite oder Si enthaltende Stabilisatoren und weitere in der EP 0 500 496 A1 beschriebene Verbindungen. Beispielhaft seien Triphenylphosphite, Diphenylalkylphosphite, Phenylalkylphosphite, Tris-(nonylphenyl)phosphit, Tetrakis-(2,4-di-tert.-butylphenyl)-4,4'-biphenylen-diphosponit und Triarylphosphit genannt. Besonders bevorzugt sind Triphenylphosphin und Tris-(2,4-di-tert.-butylphenyl)phosphit.

Die Polycarbonate, aus denen die erfindungsgemäßen Platten hergestellt werden, können zusätzlich Additive zur Verbesserung der Gleiteigenschaften, wie z.B. Ester mehrwertiger Alkohole mit langkettigen Fettsäuren, wie z.B. Pentaerythrittristearat/-palmitat, Glycerinmonostearat/-palmitat, Glycerintristearat/-palmitat, enthalten. Außerdem ist der Zusatz von Flammenschutzmitteln, Pigmenten, Farbmitteln, fein zerteilten Mineralien und anderen Zuschlagsstoffen möglich.

Alle für die Synthese verwandten Einsatzstoffe und Lösungsmittel können aus ihrer Herstellung und Lagerung mit entsprechenden Verunreinigungen kontaminiert sein, wobei es das Ziel ist mit so sauberen Ausgangsstoffen wie möglich zu arbeiten.

- 5 Erfindungsgemäße Verschleißungen sind insbesondere Verschleißungen von Automobilen oder Gebäuden, beispielsweise Verschleißungen von oder für Gewächshäuser, Wintergärten, Bushaltestellen, Reklametafeln, Schilder, Schutzscheiben, Automobilverschleißungen, Fenster oder Überdachungen.

- 10 Nachträgliche Bearbeitungen der erfindungsgemäßen Platten, wie z.B. Tiefziehen oder Oberflächenbearbeitungen, wie z.B. Ausrüstung mit Kratzfestlacken, wasserspreitenden Schichten und ähnliches sind möglich.
-

Beispiele

5 In den nachfolgenden Beispielen erfolgte die Bestimmung der Farbzahlen nach ASTM D 1686 durch Messung der Absorption bis 400 nm bei einer Durchstrahlungsstrecke von 50 cm.

10 Die Bewitterung dieser Platten erfolgte im Weather-o-meter der Fa. Atlas, USA, mit einem 6,5-W-Xenon-Brenner bei einem Zyklus von 102 min. Belichtung und 18 min. Besprühung mit entmineralisiertem Wasser unter Belichtung. Die maximale Schwarztafeltemperatur betrug 60°C (+5°C). Nach jeweils 1 000 h wurden die Platten gemustert und zur praxisnahen Prüfung der Zähigkeit ein an Stegmehrfachplatten in Anlehnung an DIN 53 443 entwickelbar, modifizierter Kugelfallversuch durchgeführt, bei dem mittels eines Durchstoßkörpers von 5 mm Durchmesser, welcher eine ähnliche biaxiale Beanspruchung hervorrufen soll, wie ein herabfallendes Hagelkorn, die Schädigungsarbeit W_s gemessen wurde. Bei 15 Raumtemperatur schlug eine Fallmasse von 36 kg aus 0,2 m Fallhöhe auf die Probekörper, die auf einem Auflagering von 20 mm Innendurchmesser frei auflagen.

20 Es wurde mit der bewitterten Seite des Probekörpers in Druckzone geprüft. Das Bruchbild (BB) wurde durch Zahlen charakterisiert: 1 = splitternd, 2 = glatter Riß, 3 = zähspröd, 4 = zäh.

Als Yellowness Index YJ wurde der nach ASTM E 313 ermittelte Gelbwert angegeben.

Beispiel 1

Zur Herstellung von 1,022 t/h einer 15 %igen wäßrigen NaBPA-Lösung wurden
867,5 kg/h 6,5 %ige wäßrige Natriumhydroxidlösung und 154,5 kg/h Bisphenol-A-
Schmelze kontinuierlich zusammengebracht. Der gesamte Prozeß war mit Stickstoff
inertisiert. Die 6,5 %ige wäßrige Natriumhydroxidlösung wies einen Sauerstoffgehalt
von 10 ppb auf. Die Hazen-Farbzahl der resultierenden 15 %igen wäßrigen
Natriumbisphenolat-Lösung betrug 0,5 Hazen. Diese Natriumbisphenolat-Lösung
wurde zur Herstellung von Polycarbonat nach dem Phasengrenzflächenprozeß einge-
setzt.

Vergleichsbeispiel 2

Zur Herstellung von 1,022 t/h einer 15 %igen wäßrigen Natriumbisphenolatlösung
wurden 867,5 kg/h 6,5 %ige wäßrige Natriumhydroxidlösung und 154,5 kg/h
Bisphenol-A-Schmelze kontinuierlich zusammengebracht. Der gesamte Prozeß war
mit Stickstoff inertisiert. Die 6,5 %ige wäßrige Natriumhydroxidlösung wies einen
Sauerstoffgehalt von 250 ppb auf. Die Hazen-Farbzahl der resultierenden 15 %igen
wäßrigen Natriumbisphenolat-Lösung betrug 2 Hazen. Diese Natriumbisphenolat-
Lösung wurde zur Herstellung von Polycarbonat nach dem Phasengrenz-
flächenprozeß eingesetzt.

Beispiel 3

Aus der in Beispiel 1 erhaltenen Natriumbisphenolat-Lösung wurde ein Polycarbonat
mit Phenol-Endgruppen, einem Schmelzindex (MFR) von 3 (nach ISO 1133 gemes-
sen), einem Verzweiger-Gehalt von 0.3 mol% Isatinbiskresol und einem UV-Absor-
ber-Gehalt 0.25% Tinuvin® 350 (3'-sec.-Butyl-5'-(1,1,3,3-tetramethylbutyl-2'-
hydroxyphenyl-2H-benzotriazol) hergestellt. Dieses Polycarbonat wurde auf
folgender Anlage zu coextrudierten 10mm Stegdoppelplatten verarbeitet:

- Hauptextruder mit einer Schnecke der Länge 33D und einem Durchmesser von 70mm mit Entgasung
 - Coextruder zum Aufbringen der Deckschicht mit einer Schnecke der Länge 25D und einem Durchmesser von 30mm
- 5
- Spezielle Breitschlitzdüse mit 350mm Breite
 - Kalibrator
 - Rollerbahn
 - Abzugseinrichtung
 - Ablängvorrichtung (Säge)
 - Ablagetisch
- 10

In den Coextruder wurde ebenfalls das aus Beispiel 1 erhaltene Polycarbonat gegeben. Die Coextrusion als solche ist literaturbekannt (siehe beispielsweise EP-A 110 221 und EP-A 110 238). Im vorliegenden Fall wurde wie folgt verfahren:

15

An einem Coextrusionsadapter waren Extruder zur Erzeugung der Kernschicht und Deckschicht(en) angeschlossen. Der Adapter war so konstruiert, daß die die Deckschicht formende Schmelze als dünne Schicht haftend auf die Schmelze der Kernschicht aufgebracht wurde.

20

Der so erzeugte, mehrschichtige Schmelzestrang wurde dann in der anschließend angeschlossenen Düse in die gewünschte Form (Stegplatte) gebracht. Anschließend wurde in bekannter Weise mittels Vakuumkalibrierung die Schmelze unter kontrollierten Bedingungen abgekühlt und anschließend in 1 Meter lange Stücke

25 gesägt.

Vergleichsbeispiel 4

30

Aus der in Beispiel 2 erhaltenen Natriumbisphenolat-Lösung wurde ein Polycarbonat mit Phenol-Endgruppen, einem Schmelzindex (MFR) von 3 (nach ISO 1133 gemessen), einem Verzweiger-Gehalt von 0.3 mol% Isatinbiskresol und einem UV-Absor-

ber-Gehalt 0.25% Tinuvin® 350 (3'-sec.-Butyl-5'-(1,1,3,3-tetramethylbutyl-2'-hydroxyphenyl-2H-benzotriazol) hergestellt. Dieses Polycarbonat wurde auf der gleichen Anlage und unter gleichen Bedingungen wie Beispiel 3 Anlage zu coextrudierten 10mm Stegdoppelplatten verarbeitet.

5

Beispiel 5

Aus der in Beispiel 1 erhaltenen Natriumbisphenolat-Lösung wurde ein Polycarbonat mit Phenol-Endgruppen und einem Schmelzindex (MFR) von 3 (nach ISO 1133 gemessen) hergestellt. Dieses Polycarbonat wurde auf der gleichen Anlage wie Beispiel 3 und unter den gleichen Bedingungen zu coextrudierten 10mm Stegdoppelplatten verarbeitet.

In den Coextruder wurde ein Compound und aus dem aus Beispiel 1 erhaltenen Polycarbonat mit 5% eines Benzotriazol-UV-Absorbers (Tinuvin® 360 = 2,2-Methylenbis-(4-(1,1,3,3-tetramethylbutyl)-6-(2H-benzotriazol-2-yl)phenol) gegeben. Dieses Compound wurde folgendermaßen hergestellt: Bei 280°C und 80 U/min wurde der UV-Absorber auf einem Doppelwellenextruder (ZSK 32, Werner & Pfleiderer) in das Polycarbonat eingearbeitet und das Extrudat dann granuliert.

20

Vergleichsbeispiel 6

Aus der in Beispiel 2 erhaltenen Natriumbisphenolat-Lösung wurde ein Polycarbonat mit Phenol-Endgruppen und einem Schmelzindex (MFR) von 3 (nach ISO 1133 gemessen) hergestellt. Dieses Polycarbonat wurde auf der gleichen Anlage wie Beispiel 3 und unter den gleichen Bedingungen zu coextrudierten 10mm Stegdoppelplatten verarbeitet.

In den Coextruder wurde ein Compound aus dem aus Beispiel 1 erhaltenen Polycarbonat mit 5% eines Benzotriazol-UV-Absorbers (Tinuvin® 360 = 2,2-Methylenbis-(4-(1,1,3,3-tetramethylbutyl)-6-(2H-benzotriazol-2-yl)phenol) gegeben.

30

Dieses Compound wurde folgendermaßen hergestellt: Bei 280°C und 80 U/min wurde der UV-Absorber auf einem Doppelwellenextruder (ZSK 32, Werner & Pfleiderer) in das Polycarbonat eingearbeitet und das Extrudat dann granuliert.

5 Beispiel 7

Aus der in Beispiel 1 erhaltenen Natriumbisphenolat-Lösung wurde ein Polycarbonat mit Phenol-Endgruppen, einem Schmelzindex (MFR) von 3 (nach ISO 1133 gemessen) und einem UV-Absorber-Gehalt 0.3% Tinuvin® 350 (3'-sec.-Butyl-5'-(1,1,3,3-tetramethylbutyl-2'-hydroxyphenyl-2H-benzotriazol) hergestellt. Dieses Polycarbonat wurde zu 3mm dicken Farbmusterplättchen durch Spritzguß verarbeitet.

Vergleichsbeispiel 8

15 Aus der in Beispiel 2 erhaltenen Natriumbisphenolat-Lösung wurde ein Polycarbonat mit Phenol-Endgruppen, einem Schmelzindex (MFR) von 3 (nach ISO 1133 gemessen) und einem UV-Absorber-Gehalt 0.3% Tinuvin® 350 (3'-sec.-Butyl-5'-(1,1,3,3-tetramethylbutyl-2'-hydroxyphenyl-2H-benzotriazol) hergestellt. Dieses Polycarbonat wurde zu 3mm dicken Farbmusterplättchen durch Spritzguß verarbeitet.

20 Die erhaltenen Platten wurden anschließend einer farbmetrischen Bewertung unterzogen. Dabei wurden folgendes Meßverfahren herangezogen:

1. Transmission (auf Basis der Norm ASTM D 1003)

25 ~~Gerät: Pye-Unicam (Meßgeometrie: 0°/diffus, berechnet nach Lichtart C)~~

2. Yellownessindex YI nach ASTM E 313
3. Die Bewitterung dieser Platten erfolgte im Weather-o-meter der Fa. Atlas, USA, mit einem 6,5 W-Xenon-Brenner bei einem Zyklus von 102 min. Belichtung und 18 min. Besprühung mit entmineralisiertem Wasser unter Belichtung. Die maximale Schwarztafeltemperatur betrug 60°C (\pm 5°C). Nach
30 jeweils 1 000 h wurden die Platten gemustert und zur praxisnahen Prüfung

5 der Zähigkeit ein an Stegmehrfachplatten in Anlehnung an DIN 53 443 entwickelter, modifizierter Kugelfallversuch durchgeführt, bei dem mittels eines Durchstoßkörpers von 5 mm Durchmesser, welcher eine ähnliche biaxiale Beanspruchung hervorrufen soll, wie ein herabfallendes Hagelkorn, die Schädigungsarbeit W_s gemessen wird. Bei Raumtemperatur schlug eine Fallmasse von 36 kg aus 0,2 m Fallhöhe auf die Probekörper, die auf einem Auflagering von 20 mm Innendurchmesser frei auflagen.

Es wurde mit der bewitterten Seite des Probekörpers in Druckzone geprüft. Das Bruchbild (BB) wurde durch Zahlen charakterisiert: 1 = splitternd, 2 = glatter Riß, 3 = zähspäd, 4 = zäh.

Als Yellowness Index Y1 wurde der nach ASTM E 313 ermittelte Gelbwert angegeben.

15

Ergebnisse:

	Transmission (%)	Yellowness-Index
Beispiel 3	79,5	1,2
Vergleichsbeispiel 4	77,4	2,7
Beispiel 7	87,3	3,0
Vergleichsbeispiel 8	84.0	5.5

	Bruchbild (0 Stunden Bewitterung wie angegeben)	Bruchbild (4000 Stunden Bewitte- rung wie angegeben)	Bruchbild (5000 Stunden Bewitte- rung wie angegeben)
Beispiel 3	4x4	4x4	4x4
Vergleichsbeispiel 4	4x4	4x3	4x3
Beispiel 5	4x4	4x4	4x4
Vergleichsbeispiel 6	4x4	3x4, 1x3	3x4, 1x3

Die Ergebnisse zeigen, daß erfindungsgemäß hergestellte Platten höhere Transmissionswerte sowie niedrigere Yellonessindex-Werte und nach Bewitterung eine verbesserte mechanische Stabilität besitzen als die Platten gemäß der Vergleichsversuche.

Patentansprüche

1. Platten aus Polycarbonat, wobei das Polycarbonat nach dem Phasengrenz-
flächenverfahren hergestellt wird und die hierbei eingesetzte wäßrige Lösung
5 eines Alkalisalzes eines Bisphenols einen Gehalt an gelöstem Sauerstoff von
weniger als 150 ppb aufweist.
 2. Verwendung der Platten gemäß Anspruch 1 zur Herstellung von Verschleißun-
gen.
 3. Verschleißungen aus Platten gemäß Anspruch 1.
 4. Verschleißungen für Automobile aus Platten gemäß Anspruch 1.
 - 15 5. Verschleißungen für Gebäude aus Platten gemäß Anspruch 1.
-

Platten aus Polycarbonat

Z u s a m m e n f a s s u n g

Die vorliegende Erfindung betrifft Platten aus Polycarbonat, wobei das Polycarbonat nach dem Phasengrenzflächenverfahren hergestellt wird und die hierbei eingesetzte wäßrige Lösung eines Alkalisalzes eines Bisphenols einen Gehalt an gelöstem Sauerstoff von weniger als 150 ppb aufweist.
